نمایه عمقی اکسیژن در آلومینای آندی با پراکندگی رزونانسی O¹⁶O(a, a)¹⁶O (م, a)¹⁶O رحیمی ، منیجه¹ ؛ ترکیهای اصفهانی ، محمد¹ ؛ کاکویی، امیدرضا² : فریبا خیری¹، محمدی مهناز¹

² پژوهشکده علوم هسته ای پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای ، صندوق پستی 11365-3486، تهران ، ایران

چکیدہ

شناسایی و تعییین نمایه عمقی اکسیژن در سطح مواد ، لایه های نازک به ویژه در کاربردهای تکنولوژی با طیف گسترده ای از اکسیدها استفاده می شود. تعیین آن در فیلم های غیر اکسیدی نیز که در آن اکسیژن به عنوان یک ناخالصی می تواند اثر زیان باری بر کار کردشان داشته باشد، بسیار مهم است. نمایه عمقی عناصر به صورت معمول با استفاده از پس پراکندگی رادرفوردی انجام می گیرد. این تکنیک برای عناصر سبک مناسب نیست ولی پراکندگی رزونانسی عناصر سبک در انرژی بالا همانند پراکندگی رزونانسی ¹⁶O(α, α)¹⁶ به صورت گسترده برای پروفایل عمقی کمی اکسیژن بدون آسیب عمده بر مواد استفاده می شود. پراکندگی رزونانسی ¹⁶O(α, α)¹⁶ به صورت آسید است مطالعه توزیع اکسیژن در نواحی سطحی اکسیدها استفاده می شود. در این بررسی از این پراکندگی رزونانسی برای تعیین توزیع اکسیژن در سطح نمونه های اکسید آلومینیوم

Depth profiling of oxygen in anodic Alumina by ${}^{16}O(\alpha,\alpha){}^{16}O$ resonance scattering

Rahimi, Manijeh¹; Torkihaie esfahani, Mohammad¹; Kakuee, omidreza²kheiri, fariba¹

¹ Department of Physics, University of kashan, kashan, Iran ² Nuclear Science Researcher School, NSTRI, P O Box 3486-11365, Tehran, Iran

Abstract

Detection and depth profiling of oxygen on material surfaces, thin films in particular, continue to be an area of immense interest due to the ever increasing use of oxides in technological applications. Its determination is important in non-oxide films as well wherein oxygen present as an impurity can have a deleterious impact on their performance. Elemental depth profiling is commonly performed by using Rutherford backscattering spectrometry (RBS) . this technique is not suitable for adequate detection of light elements . but resonance scattering of light elements in high energy like ¹⁶O(α , α)¹⁶O resonance scattering been extensively used for a quantitative depth profiling of oxygen without inducing major damage to the materials. The ¹⁶O(α , α)¹⁶O resonance scattering was applied to study the oxygen distribution in the near surface region of oxides. In this study, the elastic nuclear resonant scattering has been used to determine the distribution of oxygen in the surface region of anodized alumina samples, using ¹⁶O(α , α)¹⁶O nuclear reaction in the energy region of 3.0–3.18 MeV.

PACS No. 29,81

عناصر معمولا با استفاده از اسپکترومتری پس پراکندگی رادرفوردی انجام می گیرد[1]. اگرچه روش RBS برای تعیین پروفایل عمقی عناصر سبک همانند اکسیژن به دلیل ضریب سینماتیک کوچک و سطح مقطع پراکندگی کوچک آن با دشواری هایی روبه رو است. روش های مختلفی برای تعیین اکسیژن مفید شناخته شده اند، از آن جمله اسپکترومتری مقدمه

اندازه گیری پروفایل عمقی اکسیژن در مطالعه فرآیندهای خوردگی ،تکنولوژی نیمه رساناها، متالورژی و ابررساناهایی با دمای بالا از نظر تئوری و عملی موردتوجه بسیاری واقع شده است. بنابراین روش های آنالیزی قابل قبول که بتوان اطلاعات کافی در مورد توزیع اکسیژن در لایه ها را بدست آورد مورد نظر قرار گرفته است. پروفایل عمقی

الکترون اوژه (AES) ، اسپکترومتری جرم یونی (SIMS) را می-توان نام برد.زمانیکه که اندازه گیری دقیقی از اکسیژن با غلظت پایین موردنیاز باشد بسیاری از این روش ها محدود می شوند و همچنین برخی از این روش ها اثرات زیان باری بر ماده دارند [2] .

استفاده از روش RBS استاندارد برای بدست آوردن پروفایل عمقی اکسیژن به دلیل سیگنال ضعیف اکسیژن در مقابل پس زمینه ناشی از پس زمینه سیگنال قوی ماتریس مواد با چالش روبه رو است.برای غلبه بر این مانع اندازه گیری رزونانس هسته ای الاستیک برای بالا بردن حساسیت اندازه گیری اکسیژن استفاده می شود. پراکندگی رزونانسی ما¹⁶O(α , α)¹⁶O روشی مشهور از روش های IBA برای نمایه عمقی اکسیژن به خاطر حساسیت بسیار بالا و توان عمقی خوب آن استفاده می شود اگر چه در این روش آنالیزی نیز با توجه به اندازه گیری های پرزحمت و ابهاماتی که در انرژی رزونانسی وجود دارد مشکلاتی وجود دارد ولی حساسیت بالای این روش و غیر مخرب بودن آن باعث شده این روش بیشتر چشمگیر باشد [3].

روش آزمایش

نمونه های اکسید آلومینیوم متخلخل مورد استفاده در این آزمایش با روش الکتروشیمی در محلول الکترولیت اسید اکسالیک 0/3مولار با دو روش آندایز نرم وسخت و با ولتاژهای40 و 130 ولت و با تخلخل های 10 و 4 درصد ایجاد شده اند .

آنالیزهای انجام شده در این پژوهش در آزمایشگاه واندو گراف انرژی سازمان اتمی ایران با استفاده از شتاب دهنده واندو گراف بالای Mev 3 انجام شد. اندازه گیری ها شامل بمباران لایه اکسیدی آلومینیوم آندایز شده با باریکه کاملا موازی هلیوم و آشکارسازی ذرات آلفا پس پراکنده شده توسط آشکارساز سد سطحی سیلیکونی (SBD) بود. باریکه هلیوم با زاویه نرمال بر سطح نمونه برخورد کرده و ذرات پس پراکنده تحت زاویه 105 درجه نسبت به بردار نرمال بر سطح نمونه آشکار شد. قدرت تفکیک انرژی باریکه یونی آلفا بهتر از 500 الکترون ولت ، قدرت تفکیک انرژی آشکارساز 51کیلو الکترون ولت و همچنین قدرت تفکیک انرژی آشکارساز و الکترون ولت ای می تر از 20 کیلوالکترون ولت است.

برای بدست آوردن نمایه عمقی، فرکانس باریکه فرودی با گامهای فرکانسی 250KHz که تقریبا برابر با انرژی در حدود 48-50KeV است، افزایش داده شد تا به انرژی Mev 3/045 و انرژی های بالاتر از آن برسد (انرژی های بالاتر از Mev 3 اولین بار در این آزمایش استفاده شد).

با استفاده از رابطه زیر می توان عمق اکسیژن را بدست آورد. (1) $X=E_{\alpha}-E_R/S(E_{\alpha})$ (1) E_{α} انرژی باریکه آلفا ، E_{α} انرژی رزونانسی و $S(E_{\alpha})$ توان توقف ماده هدف می باشد (توان توقف با استفاده از SRIM 2008 محاسبه شد). همچنین برای بدست آوردن ترکیب اتمی می توان با استفاده از روش مقایسه ای AL_2O_3/AL به عنوان کالیبره استاندارد بدست آورد نسبت اتمی q/p در یک اکسید فلزی M_PO_q با استفاده از رابطه زیر بدست آورد.

q/p=2R€(M)/€(AL)+2€(O)(1-R) (2) (2) R نسبت بازده رزونانسی اکسیژن در M_PO_q و AL₂O₃ و€ سطح مقطع توقف عنصر داخل پرانتز است[1].



نتايج و بحث

شکل 1: طیف آلفای پس پراکنده از واکنش رزونانسی ۱۶ O(🗛 , ه) ۱۶ O

در انرژی های ۳**-۳/**۱۸ Mev

در شکل ا طیف آلفای پس پراکنده از واکنش رزونانسی O 16(a, در انرژی های Mev 3/045 ، 3/090 ، 3/045 و 3/180 نشان (۵ داده شده است هانطور که در شکل 2دیده می شود لبه های انتهایی طيف هاي حاصل (كانال 450-350) با توجه به فاكتور سينماتيكي آلومينيوم كه عنصر سنگيني است نسبت به اكسيژن مربوط به ذرات آلفی برگشتی از آلومینیوم است که توسط آشکارساز شمارش شده است و کانال350-200 مربوط به ذرات آلفای بر گتی از اتم های اکسیژن موجود در نمونه ها است که با زمینه ای از آلفاه ای بر گشتی از آلومینیوم می باشد. مشاهده می شود که با افزایش انرژی، قله رزونانسی ناشی از رزونانس اتم های اکسیژن با ذرات آلفای باریکه ، به سمت انرژی های پاییین ترکشیده می شود در واقع با افزایش انرژی فرودي ، توان توقف ذرات آلفا نفوذي به عمق كاهش مي يابد و باعث می شود تا عمق های بیشتر نفوذ کرده و ذرات پس پراکنده نیز انرژی کمتری را به دلیل نفوذ در عمق خواهند داشت. با برازش (Fit) هر یک از قله های رزونانسی مشاهده شد که هر چه انرژی افزایش می یابد سطح زیر قله افزایش و به تبع آن عمق شناسایی اتم های اكسيژن افزايش مي يابد .



شکل 2: نمایی از قله های رزونانسی با انرژی های ۳/۱۸ Mev ۲/۰۴۵-۳/۱۸ انرژی های استفاده شده عمقی در حدود 3/5-3 میکرون از اکسید آلومینیوم را جاروب می کند ولی نمایه عمقی که برای اکسیژن می-توان با شبیه سازی های انجام گرفته بدست آورد در حدود nm

است همانطور که در شکل 3 مشاهده می شود نمایه عمقی اکسیژن و تغییرات غلظت آن را در عمق های مختلف برای هر یک از انرژی های به کاربرده شده رسم گردید.



همچنین در بررسی استکیومتری اکسیژن و آلومینیوم تشکیل دهنده با استفاده از فرمول2 و نیز شبیه سازی های انجام گرفته با نرم افزار SIMNRA حاصل شد[4]، که نسبت آنها به صورت 2به 3 نمی باشد بنابراین لایه های اکسیدی به صورت کامل اکسید نمی شوند و در لایه هایی از آن مقداری آلومینیوم به صورت اکسید نشده باقی می ماند.

نتيجه گيري

روش اسپکترومتری پس پراکندگی رادرفوردی (RBS) روشی مهمی برای شناسایی و توزیع عمقی عناصر موجود در یک نمونه را ارائه می دهد .اگر چه این روش برای شناسایی کافی از عناصر سبک همانند اکسیژن مناسب نیست. در این پژوهش رزونانس هسته ای برای تعیین پروفایل اکسیژن در اکسید آلومینیوم آندی با استفاده از پراکندگی رزونانسی اکسیژن در اکسید آلومینیوم آندی با استفاده از کار گرفته شد. نتایج حاصله نشان می دهد که غلظت اکسیژن در لایه های زیرین (پایین تر از لایه سطحی) رفته رفته کاهش می یابد و نیز از شدت اکسید شدن کاسته می شود و همچنین نشان می دهد که صورت 2به 3 نیست. سیاسگزاری Archive of SID

از اساتید راهنما و ریاست محترم آزمایشگاه واندوگراف پژوهشگاه علوم و فنون هسته ای جهت فراهم کردن امکان استفاده از تجهیزات آزمایشگاه برای انجام این کار پژوهشی بسیار سپاسگزاریم.

مراجع

[1]. G.L.N. Reddy, P. Rao, J.V. Ramana, S. Vikramkumar, V.S. Raju, S. Kumar, J. Radioanal Nucl. Chem., **294**, 401 (2012).

[2]. S. Nsengiyumvat, J.P. Riviere, A.T. Raji, Nuclear Materials., **414**, 155 (2011).

[3]. Y. Wang, M. Nastasi, (eds.), *Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis*, Second ed., Materials Research Society, **440** (2009).

[4]. M. Mayer, SIMNRA user's guide, Report IPP9/113, Max-Institut fur Plasmaphysik, Garching, Germany (1997).